

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **ZAVRŠNI RAD**

**Mihovil Burčul**

Zagreb, 2018.

# ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Lidija Čurković

Student:

Mihovil Burčul

Zagreb, 2018.

Ovaj rad izrađen je na Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu uz financijsku potporu Hrvatske zaklade za znanost projektom IP-2016-06-6000 *Napredna monolitna i kompozitna keramika za zaštitu od trošenja i korozije (WECOR)*.



Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Posebno bih se zahvalio mentorici prof. dr. sc. Lidiji Ćurković, asistentici Ivani Sever mag. appl. chem. na korisnim savjetima, pomoći u eksperimentalnom dijelu i dobrom voljom za rješavanjem svake moje nedoumice i pitanja te svojoj obitelji na strpljenju, moralnoj podršci te povjerenju koje su mi ukazali tokom studija.



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite  
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:  
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo  
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

## ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Mihovil Burčul**

Mat. br.: 0035192415

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Stabilizacija  $Al_2O_3$  suspenzija limunskom kiselinom**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Stabilization of  $Al_2O_3$  suspensions with citric acid**

### Opis zadatka:

Keramička industrija ima veliku potrebu za novim i učinkovitijim disperzantima te se velik broj istraživanja provodi u smjeru ispitivanja utjecaja pojedinih vrsta i količine aditiva na stabilnost pojedinih keramičkih suspenzija. Da bi se stabilnost i reološke karakteristike suspenzije mogle u potpunosti kontrolirati, potrebno je ispravno procijeniti stabilnost suspenzije. Sedimentacijski testovi; određivanje zeta potencijala u ovisnosti o pH-vrijednosti suspenzije, količini i vrsti dodanih disperzanata; mjerenje prividne viskoznosti pri točno određenim smičnim brzinama, samo su neke od metoda često korištenih u procjeni stabilnosti suspenzija.

U ovom je završnom radu potrebno:

1. prirediti 70 %-tne  $Al_2O_3$  vodene suspenzije uz različiti udio limunske kiseline kao disperzanta
2. u planetarnom mlinu homogenizirati priređene suspenzije, izmjeriti pH-vrijednost suspenzija, ukloniti mjehuriće zraka iz suspenzija
3. izmjeriti viskoznost priređenih suspenzija i odrediti optimalnu količinu disperzanta
4. stabilnost suspenzija ispitati sedimentacijskim testovima na 20 %-tnim suspenzijama aluminijske oksida uz dodatak optimalne količine disperzanta.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

30. studenog 2017.

Zadatak zadao:

Rok predaje rada:

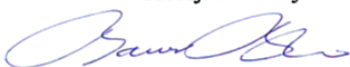
1. rok: 23. veljače 2018.  
2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2018.  
3. rok: 21. rujna 2018.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 26.2. - 2.3. 2018.  
2. rok (izvanredni): 2.7. 2018.  
3. rok: 24.9. - 28.9. 2018.

Predsjednik Povjerenstva:

  
Prof. dr. sc. Lidija Čurković

  
Izv. prof. dr. sc. Branko Bauer

---

**SADRŽAJ**

SADRŽAJ.....	I
POPIS SLIKA .....	II
POPIS TABLICA.....	III
POPIS OZNAKA .....	IV
SAŽETAK.....	V
SUMMARY .....	VI
1. UVOD .....	1
2. TEORIJSKI DIO .....	2
2.1 Definicija keramike .....	2
2.2 Aluminijski oksid .....	5
2.3 Proizvodnja keramike .....	6
2.4 Priprava stabilne suspenzije.....	9
2.5 Stabilnost suspenzije.....	9
2.5.1 Elektrostatika stabilizacija.....	10
2.5.2 Sterička stabilizacija.....	11
2.5.3 Elektrosterička stabilizacija.....	11
2.6 Reološka svojstva .....	12
3. EKSPERIMENTALNI DIO.....	16
3.1 Polazni materijali .....	16
3.2 Priprava suspenzije .....	17
4. REZULTATI I RASPRAVA .....	23
5. ZAKLJUČAK .....	29
POPIS LITERATURE.....	30

## POPIS SLIKA

Slika 2.1	Dijagram tijeka proizvodnje tehničke keramike .....	7
Slika 2.2	Elektrostaticka stabilizacija.....	11
Slika 2.3	Sterička stabilizacija .....	11
Slika 2.4	Elektrosterička stabilizacija .....	12
Slika 2.5	Shematski prikaz gibanja fluida.....	13
Slika 2.6	Karakteristični dijagram smicanja za fluide.....	14
Slika 3.1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> prah .....	16
Slika 3.2	Strukturna formula limunske kiseline .....	17
Slika 3.3	Otopina disperzanta, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> prah, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kuglice te posuda za homogenizaciju ...	18
Slika 3.4	Planetarni kuglični mlin .....	18
Slika 3.5	Ultrazvučna kupelj BRANSONIC 220 .....	19
Slika 3.6	pH metar.....	20
Slika 3.7	Rotacijski viskozimetar Brookfield DV-III .....	20
Slika 3.8	Komora za male uzorke uz pripadajuće vreteno .....	21
Slika 4.1	Ovisnost smičnog naprezanja o smičnoj brzini za pripravljene 70% tne Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> suspenzije .....	24
Slika 4.2	Ovisnost viskoznosti o smičnoj brzini .....	24
Slika 4.3	Ovisnost viskoznosti o udjelu disperzanta .....	25
Slika 4.4	Fotografije epruveta s pripremljenim 20 % tnim Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> suspenzijama nakon a) 1 h i nakon b) 2 h.....	26
Slika 4.5	Fotografije epruveta s pripremljenim 20 % tnim Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> suspenzijama nakon a) 24 h i nakon b) 48 h.....	27
Slika 4.6	Fotografije epruveta s pripremljenim 20 % tnim Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> suspenzijama nakon a) 72 h i nakon b) 96 h.....	27
Slika 4.7	Fotografije epruveta s pripremljenim 20 % tnim Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> suspenzijama nakon 7 dana .....	27
Slika 4.8	Ovisnost volumena sedimenta o pH vrijednosti 20% tne Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> suspenzije sa 0,1wt.% limunske kiseline .....	28

**POPIS TABLICA**

Tablica 3.1	Kemijski sastav $\text{Al}_2\text{O}_3$ praha .....	16
Tablica 3.2	Sastav pripremljenih 70%tnih $\text{Al}_2\text{O}_3$ suspenzija .....	17
Tablica 4.1	pH vrijednost pripremljenih 70%tnih $\text{Al}_2\text{O}_3$ suspenzija za udio limunske kiseline od 0,1 do 0,5% .....	23
Tablica 4.2	Parametri različitih modela za 70%-tnu suspenziju $\text{Al}_2\text{O}_3$ stabiliziranu s različitim udjelima disperzanta .....	26
Tablica 4.3	Vrijednost volumena sedimenta s promjenom pH vrijednosti 20%-tne suspenzije $\text{Al}_2\text{O}_3$ s 0,1 wt.% limunske kiseline .....	28



**POPIS OZNAKA**

OZNAKA	JEDINICA	OPIS
$\gamma$	$s^{-1}$	brzina smicanja
$\rho$	$Pa \cdot s$	plastična viskoznost
$\eta$	$Pa \cdot s$	dinamička viskoznost
$\tau$	$Pa$	smično naprezanje
$\tau_0$	$Pa$	granica tečenja
$k$		koeficijent konzistencije
$m$	$g$	masa
$n$		indeks tečenja
$V$	$dm^3$	volumen
$w$	$\%$	maseni udio
$v$	$ms^{-1}$	brzina tečenja
$A$	$m^2$	površina plohe fluida
$F$	$N$	sila

**SAŽETAK**

U ovom radu pripravljene su 70%-tne  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vodene suspenzije uz različiti udio limunske kiseline kao disperzanta. Suspenzije su homogenizirane u planetarnom mlinu, potom im je izmjerena pH vrijednost te uklonjeni mjehurići zraka u ultrazvučnoj kupelji. Rotacijskim viskozimetrom izmjerena je viskoznost suspenzija te snimljeni dijagrami tečenja (ovisnost smičnog naprezanja o smičnoj brzini te ovisnost viskoznosti o smičnoj brzini). Iz dobivenih rezultata određen je i optimalni udio disperzanta tj. limunske kiseline, koji iznosi 0.1 %. Stabilnost suspenzija pri različitim pH vrijednostima ispitana je sedimentacijskim testovima na 20 %-tnim suspenzijama aluminijevog oksida uz dodatak optimalne količine disperzanta. Dobiveni rezultati pokazuju da su 20 %-tne suspenzije aluminijevog oksida stabilne do 96 sati pri pH vrijednosti oko 2 i između 8 i 11, a nakon sedam dana sedimentiraju u potpunosti.

## **SUMMARY**

In this paper 70 wt.% aqueous  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspension were prepared with different amounts of citric acid as a dispersant. Suspensions were homogenized using a planetary ball mill, after which pH values were measured and air bubbles removed using an ultrasonic bath. The rotational viscosimeter was used to measure the viscosity of prepared suspensions and to record flow curves (dependence of shear stress on shear rate and dependence of viscosity on shear rate). From the obtained results, the optimal amount of dispersant i.e. citric acid was determined and amounts to 0.1 wt.%. Stability of the prepared suspensions at different pH values was evaluated by sedimentation tests on 20 wt.% aluminum oxide suspensions, with the addition of an optimum amount of dispersant. The obtained results show that 20 wt.% aluminum oxide suspensions are stable for 96 h at pH values 2 and from 8 to 12, while after 7 days they completely settled as sediment.

## 1. UVOD

U ovom radu pripravljene su  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzije s različitim udjelom limunske kiseline kao disperzanta. Disperzanti su jedna od vrsta aditiva koji se dodaju da bi se postigla stabilnost. Pripremljeno je pet različitih  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija sa udjelima 0,1-0,5 % limunske kiseline. Limunska kiselina na sobnoj temperaturi je bijeli kristalni prah koji se lako topi u vodi. Slaba je organska kiselina, pa rukovođenje s njom nije opasno, a pojavljuje se u metabolizmu svih živih bića. Njena primjena postaje sve zastupljenija iz razloga što je ekološki prihvatljiva. Industrijski se najčešće dobiva iz šećera fermentacijom plijesni, ali naravno i iz limuna [1]. Kako bi se stabilnost i ostale reološke karakteristike suspenzije mogle u potpunosti kontrolirati, potrebno je procijeniti stabilnost suspenzije.

Stabilnost suspenzije se ispituje mjerenjem prividne viskoznosti u ovisnosti o pH- vrijednosti suspenzije, sedimentacijskim testovima te mjerenjem zeta potencijala. Dijagrama tečenja se prikazuju kao ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja, te viskoznosti o brzini smicanja.

Sedimentacijski testovi mogu se provoditi na različite načine, ali osnovna ideja je promatranje koliko vremena je potrebno da bi se faze razdvojile (čestice keramičkog praha od vodenog medija). U pripravljene suspenzije dodaju se određene količine kiseline odnosno lužine, kako bi se podesila pH vrijednost. Kod nestabilnih suspenzija vrlo je lako uočiti granicu tekuće i čvrste faze, u vrlo kratkom periodu [2].

## 2. TEORIJSKI DIO

### 2.1 Definicija keramike

Riječ keramika dolazi od grčke riječi *keramos* što znači glineno posuđe ili lončarska roba, dok u anglosaksonskim jezicima pojam "ceramics" obuhvaća i staklo, emajl, staklokeramiku i anorganska vezivna sredstva, a u kontekstu definicije smatramo je anorganskim i nemetalnim materijalom koji se sastoji od metalnih i nemetalnih elemenata koji su međusobni spojeni ionskim i/ili kovalentnim vezama. Keramiku dijelimo na tradicionalnu i tehničku keramiku.

Zbog izrazito homogene mikrostrukture tehnička keramika je manje porozna u odnosu na tradicionalnu keramiku. Zbog povoljnih svojstava poput: višeg modula elastičnosti, otpornosti na koroziju, više tvrdoće na povišenim temperaturama, otpornosti na puzanje, vrlo dobrim električno izolacijskim, ali i dielektričnim i feroelektričnim svojstvima, tehnička keramika se sve više primjenjuje. Naprotiv dobrim svojstvima kontriraju niska otpornost pri toplinskom umoru, mala žilavost-visoka krhkost, niska vlačna čvrstoća, a i sama priprava sirovina nije financijski pogodna kao i postupak oblikovanja istih. Uspoređujući je s metalnim materijalima tehnička keramika pokazuje veću otpornost na umor materijala, višu tvrdoću, bolja izolacijska svojstva, nižu gustoću, itd.[3].

Keramika se dijeli prema veličini zrna, namjeni i kemijskom sastavu.

#### **Prema veličini zrna, dijelimo je na:**

- 1) Grubu keramiku – veličina zrna je u intervalu od 0,1 mm do 0,2 mm, obuhvaća opeku i druge konvencionalne vatrostalne materijale,
- 2) Finu keramiku – veličina zrna je manja od 0,1 mm. U finu keramiku spadaju: tehnička keramika, keramika za sanitarije, podne pločice, brusna sredstva na keramičkoj osnovi, keramika za posuđe te ukrasna keramika itd. [3].

#### **Prema namjeni, dijelimo je na:**

- Visokokvalitetnu keramiku – visokorazvijena keramika koja je uglavnom nemetalna i anorganska,
- Konstrukcijsku/industrijsku, inženjersku keramiku - materijali koji u bilo kojem obliku moraju izdržati mehanička opterećenja,

- Funkcionalna keramika - visokokvalitetan materijal čija se svojstva koriste za neku aktivnu funkciju, npr. dijelovi koji posjeduju električna, magnetska, dielektrična ili optička svojstva,
- Elektrokermiku - visokokvalitetna keramika koja se primjenjuje u elektrotehnici i elektronici,
- Reznu keramiku - visokokvalitetna keramika otporna na trošenje i visoke temperature,
- Biokeramiku - visokokvalitetna keramika koja se primjenjuje u medicini, tj. u ljudskom tijelu, a služi za nadomjestke, popravke i izradu tvrdog tkiva, kostiju, zubi itd. [3].

**Prema kemijskom sastavu, keramiku dijelimo na:**

- Neoksidnu keramiku,
- Silikatnu keramiku,
- Oksidnu keramiku [3].

**Neoksidna keramika**

Pod neoksidnu keramiku ubrajamo karbide, nitride i oksinitride: borov karbid, silicijev nitrid, aluminijski nitrid, borov nitrid, silicijev karbid. Osnova proizvodnje keramike sastoji se isključivo od sintetičkih sirovina. Zbog visokih udjela kovalentnih veza u karbidnim i nitridnim kristalnim strukturama posjeduje iznimno dobra svojstva. Najvažniji predstavnik je silicijev karbid (SiC).

**Svojstva silicijeva karbida:**

- Vrlo visoka tvrdoća,
- Korozijska postojanost na temperaturama,
- Mala toplinska rastezljivost,
- Vrlo velika toplinska vodljivost,
- Vrlo visoka čvrstoća,
- Poluvodička svojstva,
- Velika otpornost na trošenje,
- Odlična mehanička svojstva pri visokim temperaturama,
- Vrlo dobra otpornost na promjene temperature,
- Otpornost na oksidaciju.

## Silikatna keramika

Silikatna keramika bitno je jeftinija i pristupačnija od oksidne i neoksidne keramike zbog relativno niskih temperatura sinteriranja, dobre kontrole procesa i velike dostupnosti prirodne sirovine. Sinterirani proizvod sadrži kristalne faze i visok udio staklene faze ( $> 20\%$ ) čiji je glavni sastojak silicijev oksid ( $\text{SiO}_2$ ). Za proizvodnju oksidne i neoksidne keramike nužni su skupi sintetički prašci i visoke temperature sinteriranja. Glavne sirovine silikatne keramike su: glina i kaolin, glinenci i talk (milovka) kao nosioci silicija [4].

Uporaba silikatne keramike :

- Procesna tehnika,
- Mjerna i regulacijska tehnika,
- Izrada elektroinstalacija,
- Termotehnika,
- Izrada vatrostalnih proizvoda.

Silikatna keramika se dijeli na:

- Stealit – sastoji se od milovke i prirodnog magnezijevog silikata uz dodatak glinenca, barijeva karbonata i gline. Jedan je od glavnih sastojaka aluminijskih silikata, a zbog odličnih mehaničkih i dielektričnih svojstva primjenjuje se u elektrotehnici za izradu elektroničkih elemenata (npr. razna postolja, kućišta regulatora).
- Mulit – zbog dobrog omjera sastojaka aluminijevog oksida ( $71,8\%$ ) i silicijevog oksida ( $28,2\%$ ) mulit je vrlo otporan na promjene temperature te posjeduje dobru čvrstoću. Zbog toga ga koristimo kao pomoćni materijal za pečenje keramičkih proizvoda u pećima za izgaranje u oksidacijskoj atmosferi.
- Tehnički porculan – materijal iz grupe aluminosilikatnih porculana. Sastoji se od kaolina, kremena (kvarca) i glinenca. Zbog vrlo visoke čvrstoće, vrlo velike otpornosti na različite kemijske agresivne medije te zbog dobrih električnih izolacijskih svojstava primjenjujemo ga u elektrotehnici.
- Kordijerit – Kordijeritna keramika sastoji se od :  $51\% \text{SiO}_2$ ,  $35\% \text{Al}_2\text{O}_3$  i  $14\% \text{MgO}$ . Spada u grupu aluminosilikata nastalih sinteriranjem talka (milovke) uz dodatak gline, kaolina, šamota, korunda i mulita. Primjenjuje se u elektrotehnici

i termotehnici, npr. cijevi grijača, nosača grijača u pećima, komore za zaštitu od iskrenja i nosača katalizatora u osobnim vozilima [4].

## Oksidna keramika

Oksidna keramika se dijeli na jednokomponentne ili jednofazne materijale i na višekomponentne sustave. Udio staklene faze u oksidnoj keramici je vrlo mali ili nikakav.

Jednokomponentni sustavi čine preko 90% oksidne keramike, a glavni predstavnici skupine su: magnijezijev oksid ( $\text{MgO}$ ), cirkonijev oksid ( $\text{ZrO}_2$ ) i aluminijev oksid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Višekomponentni sustavi dijele se na miješanu oksidnu keramiku; aluminijev titanat  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  i na kompozitnu keramiku (npr. aluminijev oksid  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ojačan cirkonijevim oksidom  $\text{ZrO}_2$ ) [3].

### 2.2 Aluminijev oksid

Aluminijev oksid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) javlja se u više kristalnih faza. Ima veliku moć adsorpcije pa se koristi kao katalizator u proizvodnji umjetnog dragog kamenja (npr. korunda ili rubina). Najstabilnija i najvažnija je heksagonska faza ( $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) zvana korund [5].

Korund se dobiva žarenjem hidroksida ili  $\gamma$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na temperaturi višoj od 1100 °C. Čisti korund je vrlo tvrd, bezbojan mineral. Talište mu je pri 2045°C i kemijski je izuzetno inertan. Ako sadrži male količine drugih metala, obojen je i poznat kao drago kamenje: rubin (crveni), safir (modri), orijentalni topaz (žuti), orijentalni ametist (ljubičasti) i orijentalni smaragd (zeleni). Aluminijev oksid je tvrd, kemijski i termički vrlo otporan materijal te se koristi kao abraziv i vatrostalni materijal u staklarskoj industriji, a naročito za dobivanje visokovrijednih keramika postupkom sinteriranja praha. Keramika može biti može biti monolitna (čisti  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ili kompozitna (dodatak  $\text{ZrC}$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiC}$ ), a upotrebljavaju se za elemente i dijelove postrojenja koji su izloženi ekstremnim uvjetima temperature, tlaka, naprezanja i kemijskih utjecaja [4].

Najznačajnija svojstva aluminijevog oksida :

- Niska cijena sirovine,
- Visoka tvrdoća,
- Niska žilavost,
- Korozijska postojanost pri višim temperaturama,



- Visoka gustoća,
- Dobar električni izolator,
- Temperaturna stabilnost,
- Velika otpornost na trošenje.

Primjena aluminijevog oksida :

- Strojogradnja,
- Medicina,
- Elektronika,
- Industrija sanitarija,
- Kemijska industrija,
- Elektrotehnika.

Svojstva aluminijevog oksida mogu se i poboljšati i to dodavanjem cirkonijevog oksida stabiliziranog itrijem ( $t\text{-ZrO}_2$ ). Na taj način povećava se svojnja čvrstoća, otpornost na trošenje i lomna žilavost [6].

### **2.3    Proizvodnja keramike**

Na temeljna svojstva keramičkih materijala uglavnom se utječe odabirom sirovine i postupka proizvodnje. Zato je presudno u procesu proizvodnje paziti na režim sinteriranja, oblikovanje te određeni prah jer zajedno svi utječu na stvaranje jedinstvene mikrostrukture, a time i na željena svojstva proizvoda.

Bitni koraci u procesu proizvodnje (slika 2.1):

- Proizvodnja praha
- Proizvodnja granulata
- Oblikovanje sirovca
- Obrada sirovca
- Sušenje sirovca
- Sinteriranje
- Završna obrada



**Slika 2.1** Dijagram tijeka proizvodnje tehničke keramike [7]

### Proizvodnja praha

U proizvodnji keramike, odnosno u pripremi praha jako je bitno da pazimo na sljedeće specifikacije: veličina zrna, čistoća sirovine te specifikacija površine. Za poboljšavanje svojstava dodajemo razne dodatke od kojih svaki ima jedinstvenu namjenu; sredstvo za tečenje, sredstvo za sinteriranje, sredstvo za ojačanje i sredstvo za plastificiranje.

### Proizvodnja granulata

Bitna stavka u proizvodnji keramike je dobivanje granulata u kojem su čestice različitih dimenzija, ali jednakog oblika. Prilikom oblikovanja manje čestice popunjavaju praznine između većih čestica što rezultira manjom poroznošću.

### Oblikovanje sirovca

Oblikovanjem se prahovi zgušnjavaju čime se dobivaju definirani oblici koji imaju dovoljnu čvrstoću za daljnje rukovanje. Vrlo je važno da se različitim postupcima oblikovanja ne stvore različiti gradijenti gustoće i teksture, jer se pečenjem mogu pojačati i dovesti do deformacija, što rezultira nastajanjem zaostalih naprezanja. Odabir prikladnog postupka oblikovanja provodi se najčešće prema ekonomskim kriterijima.

Postupke oblikovanja keramike kategoriziramo u tri skupine prema udjelu vode:

- I. Prešanje (ugušćivanje oblikovane mase, vlažnost 0-15%) – se dijeli na izostatsko prešanje, vruće izostatsko prešanje te na jednosmjerno prešanje koje podrazumijeva jednostrano i dvostrano prešanje. Suho prešanje se najviše rabi za izradu masovnih artikala točnih mjera. Visoki troškovi alata isplate se tek u slučaju velikih količina. Kod izostatskog prešanja prednost je ta što je gustoća sirovca ravnomjerna, pa je i zbog toga ekonomično pristupačniji.
- II. Plastično oblikovanje (ekstrudiranje i injekcijsko prešanje, vlažnost 15-25%). Proces se odvija uz pomoć klipova ili pužnih vijaka u vakumu. Postupak je ekonomski prihvatljiv, a pomoću njega izrađuju se šipke i cijevi bilo kakvog presjeka.
- III. Lijevanje suspenzija (lijevanje suspenzije, tlačno lijevanje, lijevanje folija, vlažnost >25 %) Koristi se za proizvodnju geometrijski složenih dijelova. Stabilna suspenzija ulijeva se u upijajuće, porozne gipsane kalupe. Za razliku od lijevanja suspenzija, postupak lijevanja folijom malo je drugačiji. Keramička masa kontinuirano curi na traku dok iz spremnika kroz otvor struji vrući zrak iz suprotnog smjera kako bi osušio uzorak. Foliju možemo direktno rezati, obrađivati, kovati ili štancati. Ovim postupkom proizvode se keramički dijelovi debljine od 0,25 do 1,00 mm.

Budući da sirovac, odnosno oblikovana masa sadrži vodu, provodi se uklanjanje vode sušenjem. U oblikovanoj vlažnoj masi sve su čestice obavijene vodenim filmom. Isparavanjem vode udaljenost među česticama se smanjuje, te dolazi do smanjenja volumena, skupljanja. Sa većim postotkom vlage u oblikovanoj masi, skupljanje će biti veće, odnosno omjer volumena prije i poslije sušenja biti će veći. Skupljanje ovisi o veličini zrna, vrsti sirovine i postupku oblikovanja. Moramo ga provoditi prilagođenom brzinom jer u protivnom može doći do deformacija i pukotina. Poslije sušenja slijedi uklanjanje preostalih sredstava za plastificiranje i očvršćivanje kao i ostalih organskih aditiva. Osušena oblikovana masa dalje se podvrgava strojnoj obradi, a zatim sinteriranju. Obradom nastojimo dovesti obradak na oblik što sličniji zamišljenom.

## Sinteriranje

Sinteriranje je proces spontanog zgušnjavanja poroznog tijela pri visokim temperaturama nakon duljeg vremena. Provođi se u električnoj ili plinskoj peći uz postupno grijanje i hlađenje. Poroznost isprešanog praha se smanjuje uz istovremeno skupljanje otpreska i povećanjem njegove mehaničke čvrstoće tokom zagrijavanja. Obradak se zagrijava i hladi vrlo sporo kako ne bi došlo do deformacija ili pukotina. Sinteriranjem smanjujemo pore te dolazi do zbližavanja čestica što rezultira rastom kontaktne površine, zgušnjavanjem i okrupnjavanjem [7, 8].

## Završna obrada

Sinterirana keramika posjeduje vrlo visoku tvrdoću pa se u prethodnim koracima proizvodnje teži što manjoj i jednostavnijoj završnoj obradi. Za obradu se koriste dijamantni alati.

Postupci završne obrade:

- Honanje
- Lepanje
- Poliranje
- Brušenje

## 2.4 Priprava stabilne suspenzije

Keramička suspenzija pripravlja se tako da se keramički prah pomiješa s destiliranom vodom i odgovarajućom količinom disperzanta koji osigurava njenu stabilnost. Zatim se novonastala suspenzija lijeva u gipsani kalup. U kalupnoj šupljini ostaje vlažna keramička masa jer zbog kapilarnih sila upija vodu. Na ovaj način se najprikladnije dobivaju složene keramičke komponente različitih dimenzija [9].

## 2.5 Stabilnost suspenzije

Kod oblikovanja keramike postupkom lijevanja suspenzija, destilirana voda smatra se pomoćnim sredstvom za oblikovanje, ali nije prisutna u konačnom proizvodu. Voda preko kapilarnih sila izlazi iz sustava, u fazi gašenja, a u kalupnoj šupljini ostaje samo sirovac. Pogodno je imati što veći udjel suhe tvari, kako bi interakcije među česticama bile što jače.

Keramičke suspenzije su koloidni sustavi s povećanim interakcijama među česticama, rezultat toga je povećana viskoznost suspenzije.

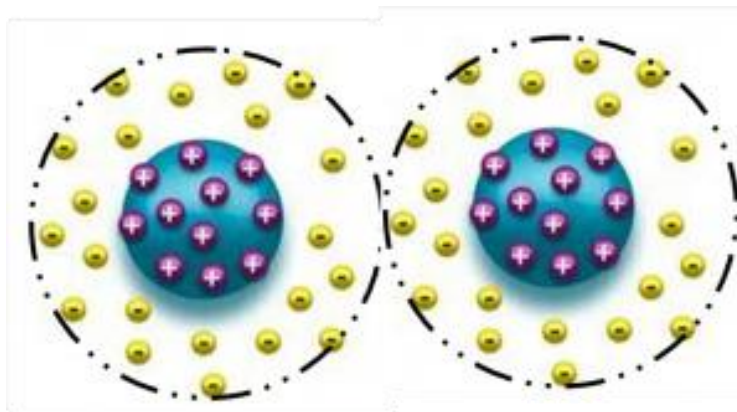
Pri visokim vrijednostima viskoznosti, otežano je lijevanje u kalup. Rješenje tog problema je u stabilizaciji suspenzije odnosno u dodavanju aditiva koji smanjuju viskoznost.

Kako su keramičke čestice gušće od vode one teže sedimentaciji odnosno taloženju. Način rješavanja tog problema je dodavanjem disperzanta u sustav. Bez obzira da li je suspenzija stabilna i koliko, kada je gustoća čestica drugačija od otapala, velika je vjerojatnost da će se faze razdvojiti. Ukoliko je suspenzija stabilna prilikom sušenja, čestice se pravilno gusto slažu što omogućava da nakon sinteriranja sadrže odgovarajuća mehanička i druga svojstva.

Djelovanje disperzanta onemogućuje interakcije između čestica putem steričke,elektrostatičke ili elektrosteričke stabilizacije te se na taj način postiže stabilnost suspenzije. Pošto se primjena procesa koji zahtijevaju stabilne suspenzije pokazala vrlo zastupljenom, pokazala se i velika potreba za pronalaženjem inovativnih i učinkovitih aditiva. [10-14].

### **2.5.1 Elektrostatička stabilizacija**

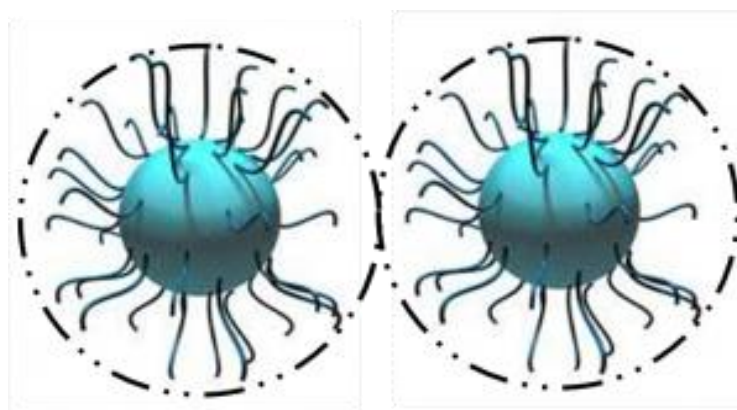
Elektrostatička stabilizacija funkcionira na način da uvođenjem dodatnih iona u sustav pokušava stabilizirati suspenziju. Naboj se neutralizira regulacijom pH vrijednosti- gdje se kod negativnih čestica treba smanjiti pH, a kod pozitivnih povećati. Na taj način se mijenja naboj čestica, čime se pokušava spriječiti aglomeracija (slika 2.2). Iako je elektrostatička stabilizacija jedan od mehanizama za postizanje stabilnosti suspenzija, pokazalo se da ne daje dugotrajne rezultate [10].



Slika 2.2 Elektrostatika stabilizacija [11]

### 2.5.2 Sterička stabilizacija

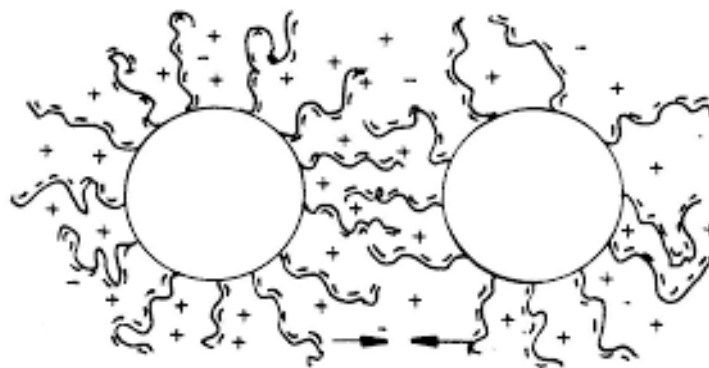
Sterička stabilizacija primjenjuje se dodavanjem polimernih molekula u sustav. Polimeri koji se koriste pripadaju skupini kopolimera što znači da su sastavljeni od para polimera koji čine glavu i rep. Polimer koji ima rep grana se u tekuću fazu prema kojoj ima veći afinitet. Za razliku od njega polimer koji čini glavu ima veliki afinitet prema keramičkoj čestici te se prihvati za nju. Rezultat toga je stvaranje polimernog filma oko čestica koji sprječava aglomeraciju (slika 2.3) [12].



Slika 2.3 Sterička stabilizacija [11]

### 2.5.3 Elektrosterička stabilizacija

Najnoviji način stabilizacije suspenzija je elektrosterička stabilizacija. Kombinacija je elektrostatika i steričke stabilizacije. Temelji se na principu dodavanja polimernog disperzanta koji ulazi u keramičku česticu, ali i ionizacije molekula kako bi se čestice odbijale (slika 2.4). Disperzant koji se koristio u ovom radu je limunska kiselina [13,14].



Slika 2.4 Elektrosterička stabilizacija [12]

## 2.6 Reološka svojstva

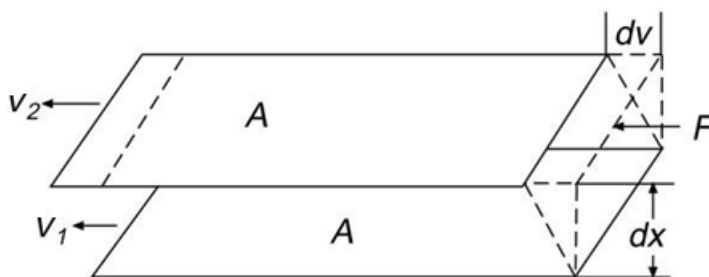
Reologiju definiramo kao znanost o deformaciji i karakteristikama tečenja materijala pod djelovanjem vanjskih sila. Svojstva tečenja fluidnih formulacija važno je svojstvo zbog primjene istih. Postoje dvije vrste mogućih stanja deformacije: elastično i plastično deformiranje.

Elastična ili povratna deformacija – opisuje kao što i sam naziv kaže materijal koji nakon završetka djelovanja vanjskih sila nema za posljedicu trajnu deformaciju već se vrati u prvotno stanje [4].

Plastična deformacija ili viskozno tečenje – prisutna je u čvrstim tvarima i kapljevina. Nastaje zbog nepovratnog premještanja jedne molekule u odnosu na drugu te dovodi do trajne deformacije [4].

Kada se dva sloja fluida gibaju relativnom brzinom jedan prema drugome, javljaju se sile koje nastoje spriječiti ovo relativno gibanje. Te sile, slične trenju (jer djeluju suprotno od smjera gibanja tekućine i usporavaju njeno gibanje), zovu se sile viskoznosti. Viskoznost je, dakle, otpor tekućine prema tečenju. Uzrok tih sila jesu međumolekularne sile kojima se molekule tekućine međusobno privlače i time opiru smicanju susjednih slojeva. Viskoznost se javlja i kod plinova, ali ovdje njen uzrok nisu međumolekularne sile, nego difuzija molekula među slojevima [15].

Prvi znanstvenik koji je opisao viskoznost bio je Isaac Newton. Utvrdio je da je viskoznost neovisna o vremenu ili brzini gibanja fluida.



Slika 2.5 Shematski prikaz gibanja fluida [15]

Gdje su:

$v_1, v_2$  – brzine tečenja,  $\text{m s}^{-1}$

$A$  – površina plohe fluida,  $\text{m}^2$

$F$  – sila, N

$dv/dx$  – smična brzina,  $\text{s}^{-1}$

Nazvani su, njemu u čast, newtonovski fluidi, koji su za razliku od nenewtonovskih slabo zastupljeni u prirodi.

Kod keramičkih suspenzija viskoznost se mijenja s promjenom brzine smicanja, što znači da pripadaju skupini nenewtonovskih fluida. Važno je definirati i pojam brzine smicanja,  $\gamma$ . Brzina smicanja predstavlja gradijent brzine pri kojoj se slojevi fluida gibaju jedan u odnosu na drugi  $\left(\frac{dv}{dx}\right)$ .

Smično naprezanje  $\tau$  predstavlja omjer smične sile i površine na koju ona djeluje. Za newtonovske fluide općenito vrijedi:

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma}$$

Gdje su:

$\eta$  – viskoznost, Pa s

$\tau$  – smično naprezanje, Pa

$\gamma$  – smična brzina,  $\text{s}^{-1}$

Proporcionalni odnos smične brzine i smičnog naprezanja specifična je karakteristika newtonovskih fluida.

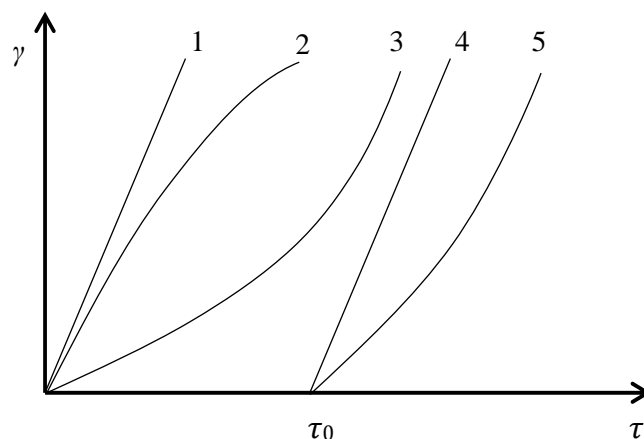


Fluidi se dijele na (slika 2.5):

- 1) Newtonovske fluide
- 2) dilatantne fluide
- 3) strukturno viskozne fluide
- 4) idealno plastične fluide
- 5) neidealno plastične fluide

Strukturno viskozni, idealni i neidealni fluidi spadaju pod nenewtonovske fluide.

Viskoznost kod nenewtonovskih fluida ovisi o vremenu i smicanju. Zato se koristi termin prividna viskoznost, koja je omjer smičnog naprežanja i smične brzine.



**Slika 2.6. Karakteristični dijagram smicanja za fluide (oznake 1-5 odnose se na podjelu fluida) [16]**

Dilatantnim fluidima povećava se prividna viskoznost ukoliko se povećaju smična naprežanja. Dok se kod strukturno viskoznih fluida, odnosno pseudoplastičnih prividna viskoznost smanjuje povećanjem smičnog naprežanja.

Idealno i neidealno plastični fluidi pripadaju skupini plastičnih fluida. Pri točki  $\tau_0$  dolazi do tečenja, a za sve vrijednosti iznad  $\tau_0$  ponašaju se kao Newtonski i pseudoplastični fluidi.

Dijagrami tečenja mogu se izraziti preko jednačba koje opisuju reološka svojstva. Modeli koji se najviše koriste su: Binghamov model, Herschel Bulkley model i Power-law

model. Namjena dijagrama tečenja je objašnjenje, karakterizacija i predviđanje pseudoplastičnog fluida [17].

Binghamov model opisuje jednačba:

$$\tau = \tau_0 + \rho\gamma.$$

Herschel-Bulkleyev model opisuje jednačba:

$$\tau = \tau_0 + k\gamma^n.$$

Power-law model opisuje jednačba:

$$\tau = k\gamma^n.$$

Gdje su:

$\tau$  – smično naprezanje, Pa,

$\tau_0$  – granica tečenja, Pa,

$k$  – indeks konzistencije

$\gamma$  – smična brzina,  $s^{-1}$ ,

$n$  – konstanta smične brzine,

$\rho$  – plastična viskoznost, Pa.

Ovisno o koeficijentu tečenja  $n$  fluidi se mogu ponašati pseudoplastično ( $n < 1$ ), dilatantno ( $n > 1$ ) ili kao Newtonski fluid ( $n = 1$ ) [17].

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

$\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzije pripravljene su i analizirani na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, Sveučilišta u Zagrebu. Korišteni su materijali i oprema Laboratorija za analizu metala pri Zavodu za materijale.

#### 3.1 Polazni materijali

Za pripremu keramičke suspenzije korištena je destilirana voda, disperzant limunska kiselina te keramički  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prah (slika 3.1) vrlo visoke čistoće (proizvodač Alcan Chemicals, SAD). Kemijski sastav  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prah prikazan je u tablici 3.1.

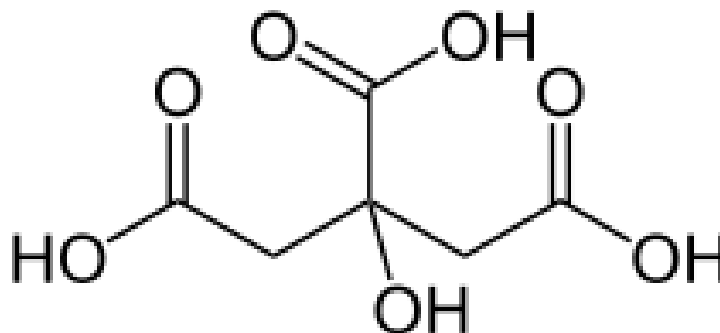
Tablica 3.1 Kemijski sastav  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha

Komponenta	MgO	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{Na}_2\text{O}$	CaO	$\text{Al}_2\text{O}_3$
w, %	0,066	0,015	0,02	0,05	0,013	ostatak



Slika 3.1  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prah

Limunska kiselina u ovom radu je poslužila kao disperzant, a dodana je sa svrhom kako bi se postigla elektrosterička stabilnost suspenzije. Stukturna formula limunske kiseline prikazana je na slici 3.2.



Slika 3.2 Strukturna formula limunske kiseline [19]

Pripravljene su 70 %-tne  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vodene suspenzije uz udjel disperzanta od 0,1 do 0,5 % mase suhe tvari. Sastav suspenzija prikazan je u tablici 3.2.

Tablica 1.2. Sastav pripremljenih 70 %-tnih  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija

Suspenzija	$m (\text{Al}_2\text{O}_3)$ , g	$V (\text{voda})$ , mL	$w$ (limunska kiselina)*, %	$m$ (limunska kiselina), g
1	96	40	0,1	0,096
2			0,2	0,192
3			0,3	0,288
4			0,4	0,384
5			0,5	0,048

\*maseni udio limunske kiseline iskazan je na masu suhe tvari

### 3.2 Priprava $\text{Al}_2\text{O}_3$ suspenzije i karakterizacija

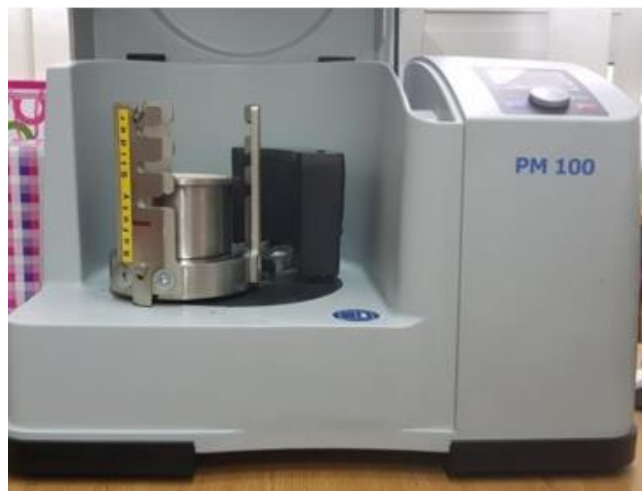
Odgovarajuća količina disperzanta (tablica 3.2) otopi se u destiliranoj vodi. Potom se ulije u posudu za homogenizaciju te se uz miješanje staklenim štapićem dodaje keramički prah. Nakon što se sve izmiješa dodaje se 10  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kuglica promjera 10 mm. Kuglice i posuda su izrađene od aluminijevog oksida da bi se izbjegla kontaminacija suspenzije. Na slici 3.3

prikazana je otopina disperzanta,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prah,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kuglice te posuda za homogenizaciju (unutarnji dio posude je od  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramike).



Slika 3.3 Otopina disperzanta,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prah,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kuglice te posuda za homogenizaciju (unutarnji dio posude je od  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramike).

Zatim se posuda stavlja u planetarni kuglični mlin PM 100 (Retsch GmbH, Njemačka) (slika 3.4).



Slika 3.4 Planetarni kuglični mlin Retsch PM 100

Planetarni kuglični mlin, kao što mu i samo ime kaže, funkcionira na principu planetarnog sustava. Homogenizacijska posuda vrti se oko središnje osi i oko svoje osi brzinom od 300 o/min 90 min. Nakon završetka procesa kuglice iz pripravljene suspenzije uklanjaju sitom, a suspenzija se premješta u mjernu čašu radi lakšeg rukovanja. Pri procesu homogenizacije dolazi do nastanka mjehurića zraka koje je potrebno ukloniti prije mjerenja viskoznosti.

Mjehurić zraka uklonjeni su u ultrazvučnoj kupelji (BRANSONIC 220, Branson Ultrasonics Corp., SAD) pri frekvenciji 50 kHz i snazi 120 W tijekom 15 minuta (slika 3.5).



**Slika 3.5** Ultrazvučna kupelj BRANSONIC 220

Mjerenje pH vrijednosti  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija

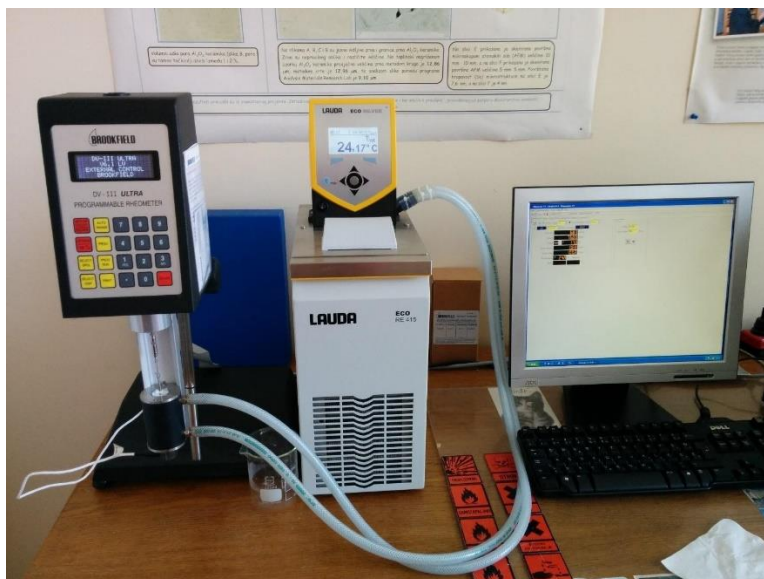
Pripravljenim suspenzijama izmjerena je pH vrijednost te reološka svojstva. Pomoću pH metra METTLER TOLEDO (USA) izmjerena je pH vrijednosti svake suspenzije (slika 3.6). Uređaj se sastoji od staklene elektrode, odnosno sonde za mjerenje pH vrijednosti koja je priključena na elektronski metar koji prikazuje izmjerene vrijednosti. Način rada pH metra funkcionira na principu aktivnosti vodikovih iona koji se nalaze na okruglastom vrhu sonde te mjere pH otopine. Elektronski metar pretvara voltažu koju proizvodi sonda u pH vrijednost.



**Slika 3.6**      **pH metar**

Mjerenje reoloških svojstava 70 %-tne  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija

Rotacijskim viskozimetrom Brookfield DV-III Ultra izmjerena je viskoznost pripremljenih suspenzija te su snimljeni dijagrami tečenja (slika 3.7). Pripremljena suspenzija ulijeva se u mali cilindar u koji se stavlja vreteno (slika 3.8). Vreteno rotira u suspenziji promjenjivom brzinom od  $0,1$  do  $180 \text{ s}^{-1}$ , a potom od  $180$  do  $0 \text{ s}^{-1}$  u 100 intervala. Viskoznost se mjeri prije svake promjene brzine smicanja. Viskoznost se računa na principu rotacije vretena te se mjeri otpor koji pri rotaciji pruža suspenzija. Eksperimentalni rezultati uspoređuju se s potencijalnim (Power-law) modelom, Herschel – Bulkleyevim modelom i Binghamovim plastičnim modelom.



**Slika 3.7 Rotacijski viskozimetar Brookfield DV-III**



**Slika 3.8 Komora za male uzorke uz pripadajuće vreteno**

### Određivanje stabilnosti $\text{Al}_2\text{O}_3$ suspenzija sedimentacijskim testovima

Za određivanje stabilnosti suspenzija sedimentacijskim testovima pripravljene su 20 %ne suspenzije  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sa optimalnim udjelom disperzanta (limunska kiselina) 0,1%. U destiliranoj vodi otopi se 0,1% limunske kiseline, te se dodaje  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prah uz homogenizaciju na elektromagnetskoj mješalici. Homogenizacija se provodi 45 minuta. Nakon 45 minuta podese se pH vrijednost suspenzije na željenu vrijednost te ulije u epruvetu volumena 14 ml. Kiselog suspenzije podešena je dodavanjem klorovodične kiseline koncentracije 0,1 mol/L, a lužnatost dodavanjem natrijevog hidroksida koncentracije 0,1 mol/L uz mjerenje pH vrijednosti na pH metru. Za priređenu suspenziju korišteno je po 10 plastičnih epruveta volumena 14 mL



postavljenih na drveni stalak. U svaku epruvetu dodano je po 14 ml priređene stabilne suspenzije-disperzije s različitom početnom pH vrijednosti. U svim ispitivanjima početni volumen stabilne suspenzije-disperzije iznosio je 14 ml. Volumen sedimenta očitao je nakon 1 h, 2 h, 24 h, 48 h, 72 h, 96 h te 7 dana. Cilj je održati disperziju u početnom stanju, tj. da ne dođe po pojave sedimentacije (taloženja)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  čestica uslijed destabilizacije suspenzije.

## 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1. Rezultati mjerenja pH vrijednosti 70 %-tnih $\text{Al}_2\text{O}_3$ suspenzija

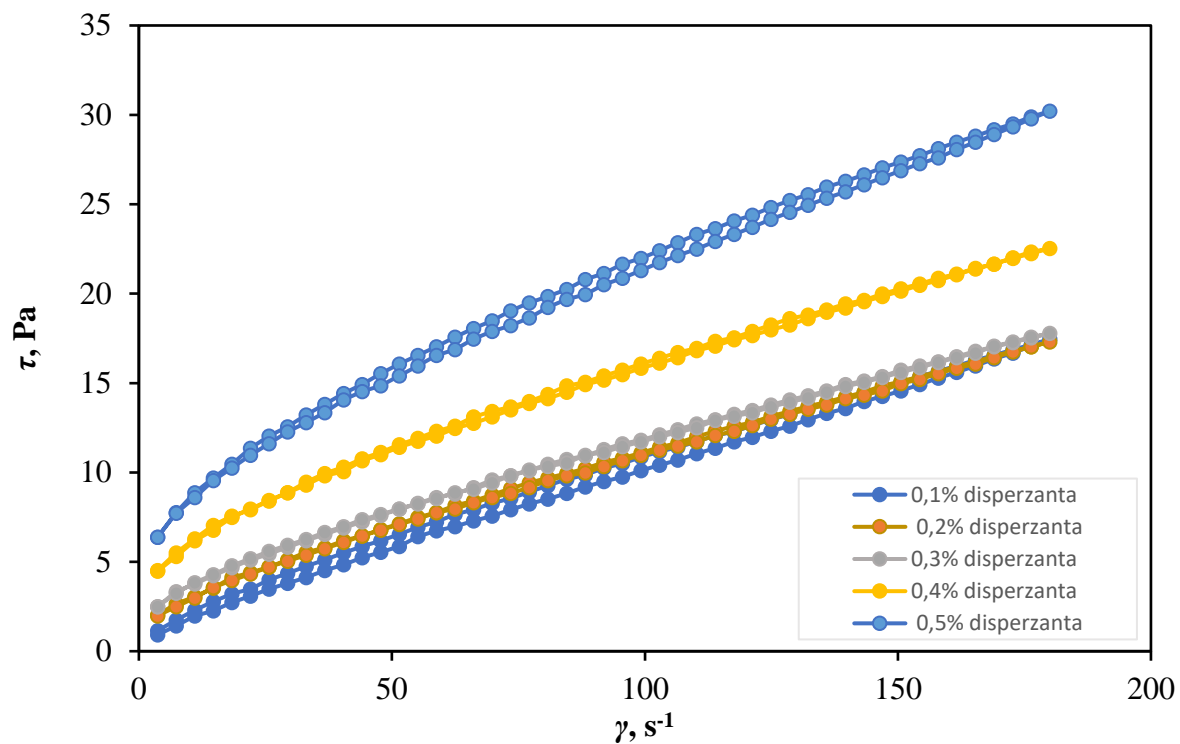
Rezultati mjerenja pH vrijednosti 70 %-tnih  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija za udjel limunske kiseline od 0,1 do 0,5 % prikazani su u tablici 4.1.

**Tablica 2.1. pH vrijednost pripremljenih 70 %-tnih  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija za udio limunske kiseline od 0,1 do 0,5 %**

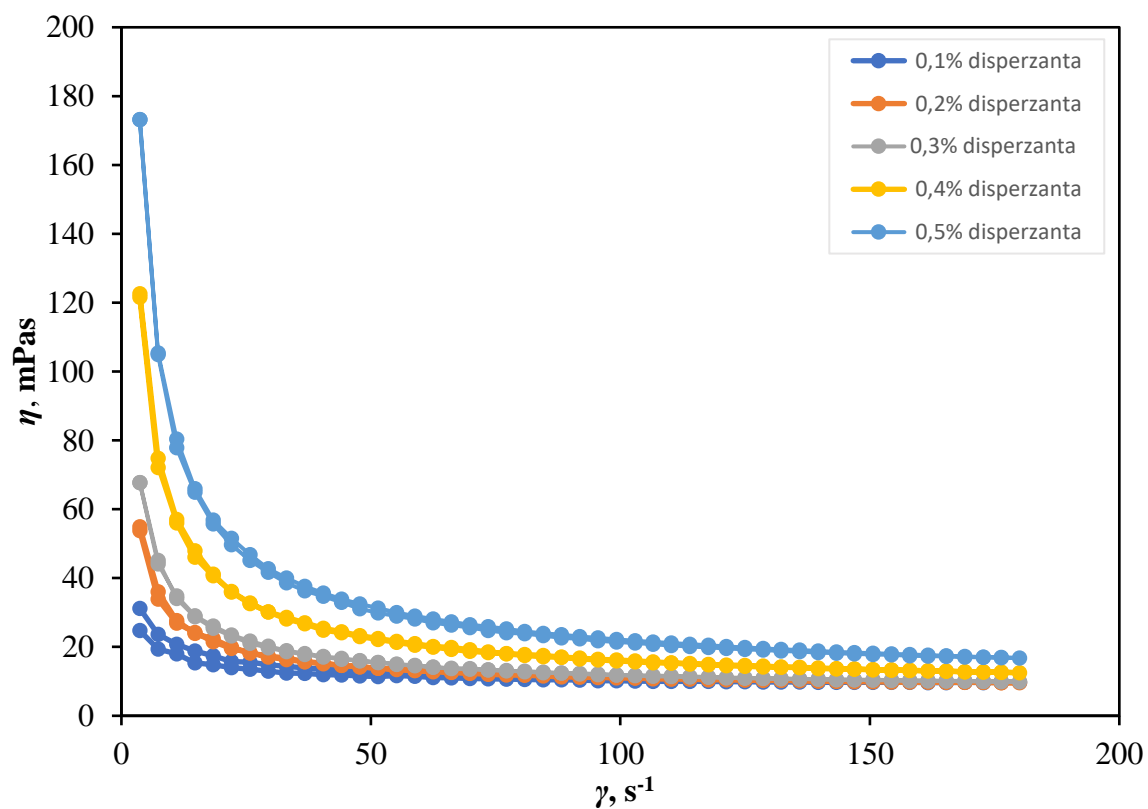
Suspenzija	$m (\text{Al}_2\text{O}_3)$ , g	$V (\text{voda})$ , mL	$w$ (limunska kiselina)*, %	pH vrijednost
1	96	40	0,1	8,09
2			0,2	8,02
3			0,3	6,96
4			0,4	8,08
5			0,5	5,66

### 4.2. Rezultati reoloških mjerenja 70 %-tnih $\text{Al}_2\text{O}_3$ suspenzija

Rezultati reoloških mjerenja 70 %-tnih  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija s različitim udjelom limunske kiseline prikazani su u dijagramima ovisnosti smičnog naprezanja o brzini smicanja te viskoznosti o brzini smicanja (Slika 4.1 i Slika 4.2).



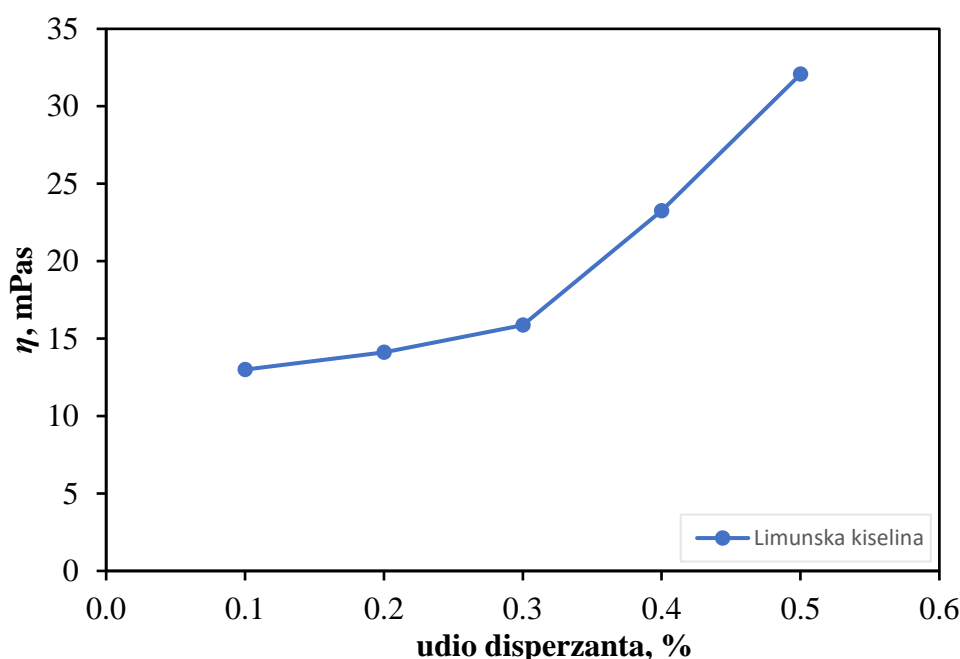
**Slika 4.1** Ovisnost smičnog naprezanja o smičnoj brzini za pripravljene 70 %-tne  $Al_2O_3$  suspenzije



**Slika 4.2** Ovisnost viskoznosti o smičnoj brzini za pripravljene 70 %-tne  $Al_2O_3$  suspenzije

Iz Slika 4.1 može se vidjeti da povećanjem smične brzine raste i smično naprezanje. Isto tako iz Slika 4.2 možemo zaključiti kako porastom smične brzine viskoznost pada. Najmanja viskoznost dobivena je za udio 0,1% disperzanta. Dijagrami nam pokazuju da se radi o tipičnom pseudoplastičnom ponašanju Nenevtonovskih fluida.

Na slici 4.3 prikazana je promjena izmjereni vrijednosti viskoznosti s promjenom udjela disperzanta (limunske kiseline). Prikazane su vrijednosti viskoznosti koje su izmjerene pri brzini smicanja od  $51,44 \text{ s}^{-1}$  (što odgovara brzini gravitacijskog lijeva).



**Slika 4.3 Ovisnost viskoznosti o udjelu disperzanta**

Iz dijagrama ovisnosti viskoznosti o udjelu disperzanta može se zaključiti kako se najmanja viskoznost, koja je ujedno i optimalna, dobiva za 0,1 % disperzanta (limunske kiseline). Viskoznost se povećava povećanjem udjela disperzanta i njegovim smanjenjem.

Rezultati reoloških mjerenja obrađeni su u programskom paketu Rheocalc V3.3. U tablici 4.2 prikazani su parametara dobivenih obradom rezultata reoloških mjerenja 70%-tne  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzije u programskom paketu Rheocalc V3.3. Pošto je koeficijent tečenja kod svih modela manji od jedan ( $n < 1$ ) dokazano je da se suspenzija ponaša pseudoplastično, a prema koeficijentu korelacije najbolje poklapanje s izmjerenim vrijednostima ima Herschel-Bulkleyev model.

**Tablica 4.2. Parametri različitih modela za 70%-tnu suspenziju  $\text{Al}_2\text{O}_3$  stabiliziranu s različitim udjelima disperzanta**

Suspenzija	$w^*$ , %	BINGHAM			HERSCHEL BULKLEY				POWER LAW		
		$\tau_0$	$\rho$	$R^2$	$\tau_0$	$k$	$n$	$R^2$	$k$	$n$	$R^2$
1	0,1	0,34	8,19	0,962	0,07	17,5	0,89	0,996	33,6	0,75	0,954
2	0,2	0,26	8,31	0,965	0,16	20,7	0,83	0,999	71,3	0,6	0,956
3	0,3	0,34	8,19	0,962	0,2	26,5	0,79	1	100,8	0,54	0,958
4	0,4	0,61	9,53	0,959	0,35	51	0,7	0,999	206,6	0,45	0,962
5	0,5	0,87	12,5	0,957	0,48	79	0,67	0,998	304	0,43	0,964

#### 4.3. Rezultati sedimentacijskih testova 20 %-tnih $\text{Al}_2\text{O}_3$ suspenzija

Na slikama 4.4, 4.5, 4.6 i 4.7 prikazane su fotografije epruveta s pripremljenim 20 %-tnim  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzijama (s optimalnim udjelom limunske kiseline kao disperzanta od 0,1 %) nakon različitog vremena mjerenja volumna sedimenta i pri različitoj pH vrijednosti (tablica 4.3). Volumen sedimenta mjeren je nakon sedimentacije od 1 h, 2 h, 24 h, 48 h, 72 h, 96 h te 7 dana. Kada počinje sedimentacija dolazi do razdvajanja faza, a na vrhu epruvete se odvaja destilirana voda.



a)



b)

**Slika 4.4. Fotografije epruveta s pripremljenim 20 %-tnim  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzijama nakon a) 1 h i nakon b) 2 h**



a)



b)

**Slika 4.5. Fotografije epruveta s pripravljenim 20 %-tnim  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzijama nakon a) 24 h b) 48 h**



a)



b)

**Slika 4.6. Fotografije epruveta s pripravljenim 20 %-tnim  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzijama a) 72 h b) 96 h**

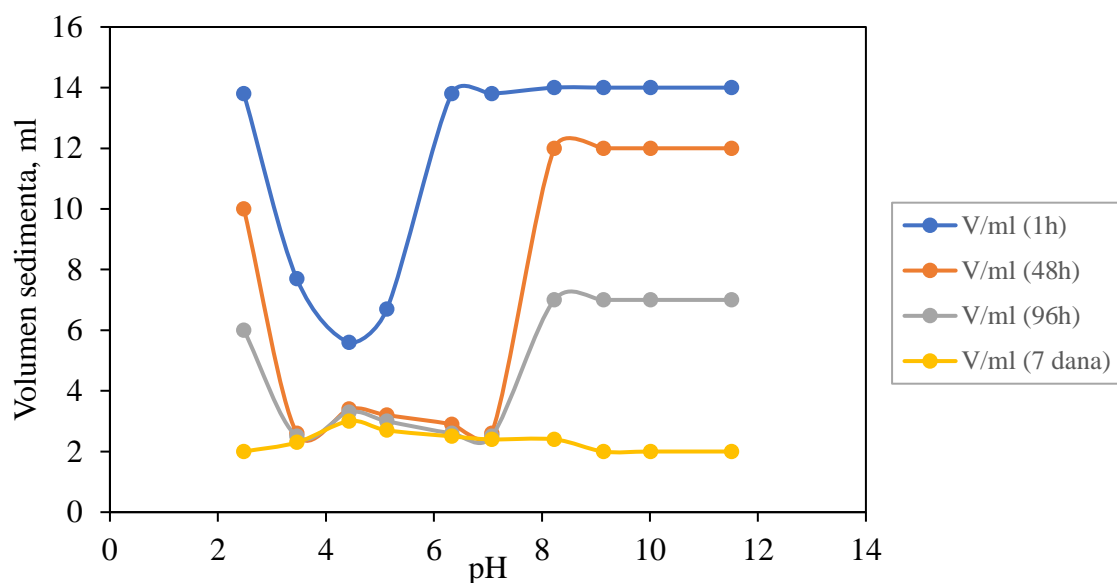


**Slika 4.7. Fotografije epruveta s pripravljenim 20 %-tnim  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzijama nakon 7 dana**

Nakon 7 dana sve suspenzije su sedimentirale. Dok pri kraćim vremenskim intervalima volumen sedimenta ovisi o pH vrijednosti suspenzije. Promjena vrijednosti volumena sedimenta (slike 4.4, 4.5, 4.6, 4.7) pri različitim pH vrijednostima nakon sedimentacije od 1 h, 2 h, 24 h, 48 h, 72 h, 96 h te 7 dana prikazane su u tablici 4.2 i slici 4.8.

**Tablica 4.3.** Vrijednost volumena sedimenta s promjenom pH vrijednosti 20%-tne  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzije s 0,1 wt.% limunske kiseline

	pH	V/ml (1h)	V/ml (2h)	V/ml (24h)	V/ml (48h)	V/ml (72h)	V/ml (96h)	V/ml (7 dana)
1	2,48	13,8	13,8	12,5	10	6	6	2
2	3,46	7,7	4,5	2,9	2,6	2,5	2,5	2,3
3	4,43	5,6	4,9	3,5	3,4	3,7	3,3	3
4	5,13	6,7	4,5	3,3	3,2	3	3	2,7
5	6,33	13,8	13,8	2,9	2,9	2,6	2,6	2,5
6	7,07	13,8	13,8	2,6	2,6	2,5	2,5	2,4
7	8,23	14	14	13	12	7	7	2
8	9,14	14	14	13	12	7	7	2
9	10,01	14	14	13	12	7	7	2
10	11,51	14	14	13	12	7	7	2

**Slika 4.8.** Ovisnost volumena sedimenta o pH vrijednosti 20%-tne  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzije s 0,1 wt.% limunske kiseline

Na volumen sedimenta utječe pH vrijednost suspenzije i vrijeme sedimentacije. Najstabilnije su suspenzije između pH 8 i 12 i pri pH 2 do 96 sati. Nakon 7 dana sve suspenzije su sedimentirale.

## 5. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih istraživanja može se zaključiti sljedeće:

- 70%-tna  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija s udjelom disperzanta od 0,1% ima najnižu viskoznost. Viskoznost je očitana pri brzini smicanja od  $51,44 \text{ s}^{-1}$  koja odgovara gravitacijskom lijevu.
- Sve pripravljene suspenzije pripadaju skupini nenewtonovskih, pseudoplastičnih fluida, što se da naslutiti smanjenjem viskoznosti s povećanjem brzine smicanja.
- Koeficijent tečenja kod svih modela manji je od jedan ( $n < 1$ ) stoga je dokazano da se suspenzija ponaša pseudoplastično, a prema koeficijentu korelacije najbolje poklapanje s izmjerenim vrijednostima ima Herschel-Bulkleyev model.
- Sedimentacijskim testovima pokazano je da su suspenzije s pH vrijednosti od 2 te između 8 i 12 stabilne do 96 sati. Nakon 7 dana sve suspenzije podliježu sedimentaciji.

Ovim je istraživanjem potvrđeno da udio disperzanta ima velik utjecaj na stabilizaciju  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzije. Dodatkom 0,1% disperzanta limunske kiseline spomenutoj vodenoj suspenziji moguće je dobiti stabilnu suspenziju koja je pogodna za oblikovanje lijevanjem suspenzija.



---

**POPIS LITERATURE**

- 1) <http://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?ID=36605>.
- 2) Majić Renjo, M., Župetić, R., Ćurković, L. Ispitivanje stabilnosti  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija sedimentacijskim testovima, International conference MATRIB "Materials, tribology, recycling": Proceedings 2012, 172-178.
- 3) Ćurković L., Keramika, beton i drvo – interne podloge za predavanja. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2014.
- 4) Filetin T, Kramer I., Tehnička keramika – Priručnik za primjenu [prijevod djela Brevier Technische Keramik]. Zagreb: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju; 2004.
- 5) Ćurković, L., Fudurić Jelača, M., Kurajica, S., Corrosion behavior of alumina ceramics in aqueous HCl and  $\text{H}_2\text{SO}_4$  solutions, *Corrosion Science*, 50, 2008, 872-878.
- 6) Cousland, G. P., Cui, X. Y., Smith, A. E., Stampfl, A. P. J., Stampfl, C. M., Mechanical properties of zirconia, doped and undoped yttria-stabilized cubic zirconia from first-principle, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 122, 2018, 51-71.
- 7) Ćurković, L., Keramika, beton, drvo, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, podloge za predavanja, 2012. Preuzeto sa: [https://www.fsb.unizg.hr/usb\\_frontend/files/1429774002-0-kbd\\_2.dio.pdf](https://www.fsb.unizg.hr/usb_frontend/files/1429774002-0-kbd_2.dio.pdf)
- 8) Nemetalni materijali, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2010, [Powerpoint prezentacija]. Preuzeto sa: [https://www.fsb.unizg.hr/usb\\_frontend/files/1396606245-0-keramika-m2\\_2010.pdf](https://www.fsb.unizg.hr/usb_frontend/files/1396606245-0-keramika-m2_2010.pdf)
- 9) Sever, I. Priprava stabilne suspenzije za oblikovanje  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramike lijevanjem [Powerpoint prezentacija]
- 10) Heijman, S., Stein, H., Electrostatic and steric stabilization of  $\text{TiO}_2$  dispersions, *Langmuir*, 1995, 11, 422-427
- 11) UNIQCHEM. Dostupno na : [http://www.uniqchem.com/?page\\_id=1083&lang=de](http://www.uniqchem.com/?page_id=1083&lang=de)
- 12) Shi, J., Steric stabilization, Literature review, Center for industrial sensors and measurements, Materials Science & Engineering Department, Inorganic Materials Science Group, The Ohio State University, 2002., 1-43.
- 13) Sarraf, H.; Havrda, J., Rheological behavior of concentrated alumina suspension: Effect of electrosteric stabilization, *Ceramics Silikaty* 2007, 51, 147–152.
- 14) Shqau, K., Electrosteric dispersants used in colloidal processing of ceramics, *Inorganic Materials Science*, 2005., 1-17
- 15) . More solutions to sticky problems. Middleboro: Brookfield Engineering Laboratories, Inc., 2005.

- 
- 16) Reologija. Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, [Powerpoint prezentacija] preuzeto sa: <https://www.fkit.unizg.hr/download/repository/REOLOGIJA.pdf>
- 17) Majić Renjo, M., Lalić, M., Ćurković, L., Matijašić, G., Rheological properties of aqueous suspensions, *Die rheologischen Eigenschaften von wassrigen Aluminiumoxid-Suspensionen*, 2012, 43, 979-983.
- 18) [http://www.wikiwand.com/hr/Limunska\\_kiselina](http://www.wikiwand.com/hr/Limunska_kiselina), pristupljeno: rujan 2018.